

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-061167

(43)Date of publication of application : 05.03.1999

(51)Int.Cl.

C10M161/00  
 //C10M161/00  
 C10M149:18  
 C10M145:36  
 C10M145:38  
 C10M129:06 )  
 C10N 20:04  
 C10N 30:00  
 C10N 30:04  
 C10N 40:24

(21)Application number : 09-221352

(71)Applicant : KAWASAKI STEEL CORP

(22)Date of filing : 18.08.1997

(72)Inventor : OKADA NORIHISA  
 NAMURA NATSUKI  
 KAMIMURA ATSURO  
 AKAGI ISAO  
 ISHIWATARI AKINOBU

## (54) OIL COMPOSITION FOR COLD ROLLING

## (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain an oil composition for cold rolling having excellent emulsion stability and rolling lubricity by compounding a base oil with a cationic emulsifier, a nonionic high-molecular compound and a higher aliphatic alcohol.

**SOLUTION:** This composition is composed of the following components (a) to (d) : (a) a base oil selected from an animal or vegetable oil, a mineral oil and an ester; (b) a cationic emulsifier obtained by adding an N,N- dialkylaminoalkylamine to a copolymer of an a-olefin and a maleic anhydride; (c) a nonionic high-molecular compound obtained by grafting a polyethylene glycol as a hydrophilic group with a modified polyester or polyolefin as a lipophilic group in a comb shape; and (d) a higher aliphatic alcohol. The composition has an excellent emulsion stability, i.e., a low physical unit of oil, and high rolling lubricity against a large amount of iron powder which is generated in cold rolling of common steel, stainless steel or silicon steel, especially silicon steel, and the composition can give excellent surface roughness of rolled material after the cold rolling.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 06.11.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3709667

[Date of registration] 19.08.2005

[Number of appeal against examiner's decision  
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-61167

(43)公開日 平成11年(1999)3月5日

(51)Int.Cl.  
C 10 M 161/00  
// (C 10 M 161/00  
149:18  
145:36  
145:38

識別記号

F I  
C 10 M 161/00

審査請求 未請求 請求項の数5 O.L (全 6 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平9-221352

(22)出願日 平成9年(1997)8月18日

(71)出願人 000001258  
川崎製鉄株式会社  
兵庫県神戸市中央区北本町通1丁目1番28  
号  
(72)発明者 岡田 典久  
岡山県倉敷市水島川崎通1丁目(番地なし)  
川崎製鉄株式会社水島製鉄所内  
(72)発明者 名村 夏樹  
岡山県倉敷市水島川崎通1丁目(番地なし)  
川崎製鉄株式会社水島製鉄所内  
(74)代理人 弁理士 渡辺 望稔 (外1名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 冷間圧延油組成物

## (57)【要約】

【課題】普通鋼、ステンレス鋼、珪素鋼、特に、珪素鋼の冷間圧延に際し多量発生する鉄粉に対しも優れた乳化安定性、即ち低い油原単位を有し、高い圧延潤滑性を有し、且つ、冷間圧延後の優れた被圧延材表面粗度をもたらす冷間圧延油組成物を提供すること。

【解決手段】(a)動植物油脂、鉱油及びエステルから選ばれる1種以上の基油、(b)アルファオレフィンと無水マレイン酸との共重合体に、N、N-ジアルキルアミノアルキルアミンを付加させて得たカチオン性乳化剤、(c)ポリエチレングリコールを親水性基とし、これに変性ポリエステル、又はポリオレフィンを親油性基として、樹型にグラフト化させて得たノニオン性高分子化合物、及び(d)高級脂肪族アルコールを含有する冷間圧延油組成物。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】(a) 動植物油脂、鉱油及びエステルから選ばれる1種以上の基油、

(b) アルファオレフィンと無水マレイン酸との共重合体に、N,N-ジアルキルアミノアルキルアミンを付加させて得たカチオン性乳化剤、

(c) ポリエチレングリコールを親水性基とし、これに変性ポリエステル、又はポリオレフィンを親油性基として、樹型にグラフト化させて得たノニオン性高分子化合物、及び

(d) 高級脂肪族アルコールを含有することを特徴とする冷間圧延油組成物。

【請求項2】該カチオン性乳化剤の分子量が500～5万であり、該高級脂肪族アルコールが炭素数8～20の脂肪族アルコールであることを特徴とする請求項1記載の冷間圧延油組成物。

【請求項3】該カチオン性乳化剤の分子量が1000～2万であり、該高級脂肪族アルコールが炭素数10～18の脂肪族アルコールであることを特徴とする請求項2記載の冷間圧延油組成物。

【請求項4】該カチオン性乳化剤を0.1～10重量%含有し、該ノニオン性高分子化合物を0.01～10重量%含有し、該高級脂肪族アルコールを0.5～15重量%含有し、残部が実質的に基油であることを特徴とする請求項1、2又は3記載の冷間圧延油組成物。

【請求項5】該カチオン性乳化剤を0.5～5重量%含有し、該ノニオン性高分子化合物を0.1～5重量%含有し、該高級脂肪族アルコールを1～10重量%含有し、残部が実質的に基油であることを特徴とする請求項4記載の冷間圧延油組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は普通鋼、ステンレス鋼、珪素鋼等の冷間圧延に使用する冷間圧延油組成物に関するもので、より詳しくは、特に、珪素鋼の冷間圧延に際し鉄粉が多量に発生するにもかかわらずエマルジョン圧延油の乳化が安定しており、且つ冷間圧延後の被圧延材表面粗度を小さくすることのできる冷間圧延油組成物に関するもの。

## 【0002】

【従来の技術】冷間圧延油は通常、牛脂等の動植物油脂、鉱油、エステルなどを基油とし、更に脂肪酸などの油性向上剤、極圧添加剤及び乳化剤を含有している。該冷間圧延油は、実際に使用する際には、1～20%の濃度で水に希釈し、エマルジョン化し、エマルジョン圧延油として循環使用される。

【0003】従来、乳化剤として主としてノニオン性乳化剤が使用されている。また、その添加量を変化させることにより、圧延油が被圧延材表面に付着する量（以下プレートアウト量という）を増減させて、圧延潤滑性を

制御している。しかし、このような乳化剤を用いたエマルジョン圧延油においては、プレートアウト量と乳化安定性とは相反する傾向を示し、エマルジョンの安定性を高めれば被圧延材表面へのプレートアウト量が減少し、圧延潤滑性が不十分となる。一方、プレートアウト量を増大せんとすればエマルジョンが不安定となり、更に、冷間圧延時に発生する鉄粉及び付着混合物（以下スカムという）が、エマルジョン圧延油を循環使用する際に、圧延油エマルジョンクーラントタンクの液面に浮上油として蓄積し、攪拌しても再乳化せず、結果として、圧延油原単位すなわち油消費量の増大を招く。

【0004】更には、最近の圧延技術の進歩により、圧延の高速化、圧延圧下率の増大、並びに冷間圧延後の被圧延材表面粗度が小さいことが要求され、この状況から圧延油に対する要求がますます過酷なものとなってきている。特に、珪素鋼の冷間圧延の場合には、珪素鋼は普通鋼と比較して塑性変形抵抗が高いため、一層良好な圧延潤滑性が要求され、圧延時に発生する鉄粉量が多くなり、また、冷間圧延後の被圧延材表面粗度が小さいことが要求される。該要求に対し、上述したプレートアウト量の増大によって圧延潤滑性を大きくすることは可能であるが、反面、乳化安定性が低下し、この場合には多量に発生する鉄粉とでスカムを生成し、結果的に油消費量の増大を招く。また、プレートアウト量が増大することはエマルジョン粒子が大きいことを意味することであるから、冷間圧延後の被圧延材表面粗度が大きくなるので好ましくない。

【0005】冷間圧延後の被圧延材表面粗度を大きくする要因としては、エマルジョン粒子を構成する油分すなわち圧延油組成物において、乳化剤を除いた成分である基油、油性向上剤、防錆添加剤、極圧添加剤の粘度が大きいことが大きな要因として挙げられる。従って、低粘度の圧延油にしなければならない。しかし低粘度の圧延油は潤滑性に乏しく、満足する圧延潤滑性は得られない。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明者等は上記の諸問題点を解消するために種々検討した。まず、圧延油の粘度と冷間圧延後の被圧延材表面粗度との関係を詳細に調べた。圧延油エマルジョン粒子は圧延ロールバイト入り側においてロールによって水が絞られ、中立点付近ではエマルジョンの含水率が最小となり、O/W型エマルジョンからW/O型エマルジョンに変わる。すなわちエマルジョンの転相が生じ、その際、エマルジョン粘度は著しく上昇し、冷間圧延後の被圧延材表面粗度を大きくすることが判明した。

【0007】さらに、多量に発生する鉄粉はエマルジョンの安定性を崩すため、浮上油が多量に発生し、油原単位が高くなる。これに対する解決方法としては、例えば、カチオン性乳化剤の適用が考えられるが、該カチオ

ン性乳化剤は発生鉄粉とエマルジョン粒子との合一を電気的に防止する作用があるため、鉄粉の分離性については優れているが、しかし、エマルジョン圧延油を循環使用する際に、ポンプ、攪拌、ノズルにおいて受けける剪断によって、鉄粉による物理的攻撃を受けると乳化が不安定となり、浮上油が生成し、油原単位が高くなる。これに対する対策を検討したところ、特定のカチオン性乳化剤と特定のノニオン性高分子化合物を併用すると、エマルジョン粒子は鉄粉の物理的攻撃を受けても安定であることを見いだした。さらに、ロールバイトにおいてエマルジョン粒子の含水率が小さくなるとエマルジョンの転相が起こり、その際、エマルジョン粘度が急激に上昇する。この現象によって、被圧延材表面粗度が大となる。そこで、これに対する対策も検討したところ、高級脂肪酸アルコールを併用することにより解決できることがわかった。

【0008】以上判明した事実から、動植物油脂、鉱油エステルから選ばれる一種以上の基油に特定のカチオン性乳化剤、ノニオン性高分子化合物及び高級脂肪酸アルコールを添加すると、冷間圧延後の優れた被圧延材表面粗度、高い圧延潤滑性、優れた乳化安定性、即ち油原単位の低い冷間圧延油が得られることが判明した。本発明は普通鋼、ステンレス鋼、珪素鋼、特に、珪素鋼の冷間圧延に際し多量発生する鉄粉に対しも優れた乳化安定性、即ち低い油原単位を有し、高い圧延潤滑性を有し、且つ、冷間圧延後の優れた被圧延材表面粗度をもたらす冷間圧延油組成物を提供することを目的とする。

## 【0009】

【課題を解決するための手段】本発明の冷間圧延油組成物は、(a)動植物油脂、鉱油及びエステルから選ばれる1種以上の基油、(b)アルファオレフィンと無水マレイン酸との共重合体に、N,N-ジアルキルアミノアルキルアミンを付加させて得たカチオン性乳化剤、(c)ポリエチレングリコールを親水性基とし、これに変性ポリエステル、又はポリオレフィンを親油性基として、樹型にグラフト化させて得たノニオン性高分子化合物、及び(d)高級脂肪族アルコールを含有することを特徴とする。

【0010】本発明で使用する基油は、冷間圧延油組成物の基油として從来から使用されているいかななる動植物油脂、鉱油及びエステルでもよく、例えば、鉱油、バーム油、トリメチロールプロパントリオレート、ラウリルオクタエートを用いることができる。

【0011】本発明で使用するカチオン性乳化剤は、アルファオレフィンと無水マレイン酸との共重合体に、N,N-ジアルキルアミノアルキルアミンを付加させて得られるものである。そのような付加物の例としては、例えば、アルファオレフィン/無水マレイン酸共重合体のジメチルアミノプロビルアミン付加物、アルファオレフィン/無水マレイン酸共重合体のジエチルアミノヘキ

シルアミン付加物を挙げることができる。そのような付加物は分子量が好ましくは500~5万であり、一層好ましくは1000~2万である。また、そのような付加物の添加量は好ましくは0.1~1.0重量%であり、一層好ましくは0.5~5.0重量%である。添加量が0.1重量%未満の場合には、乳化が不十分であり、また、1.0重量%を越えて添加しても、乳化性及びその効果の向上は認められず経済的に不利となる。

【0012】本発明で使用するノニオン性高分子化合物はポリエチレングリコールを親水性基とし、これに変性ポリエステル、又はポリオレフィンを親油性基として、樹型にグラフト化させて得た高分子化合物である。そのような高分子化合物の例としては、具体的には、インペリアルケミカル社製造のハイバーマーB-246、B-261、A-60を挙げることができる。そのような高分子化合物の添加量は好ましくは0.01~10.0重量%であり、一層好ましくは0.1~5.0重量%である。添加量が0.01重量%未満の場合には、所望の性能が不十分となり、また、1.0重量%を越えて添加しても、その効果の増大は認められず経済的に不利となる。

【0013】本発明で使用する高級脂肪族アルコールは、好ましくは炭素数が8~20の脂肪族アルコールであり、一層好ましくは炭素数が10~18の脂肪族アルコールである。高級脂肪族アルコールの例としては、具体的には、デシルアルコール、ラウリルアルコール、バルミチルアルコール、オレイルアルコール、ステアリルアルコール、イソステアリルアルコールを挙げができる。高級脂肪族アルコールの添加量は好ましくは0.5~1.5重量%であり、一層好ましくは1.0~1.0重量%である。添加量が0.5重量%未満の場合には、冷間圧延後の被圧延材表面粗度の向上の効果が不十分であり、また、1.5重量%を越えて添加しても、その効果の増大は期待できない。

【0014】本発明の冷間圧延油組成物は、上記した成分の他に、從来公知の油性向上剤、リン系極圧添加剤、酸化防止剤、防錆添加剤等を含有していてもよい。油性向上剤としては、例えばラウリン酸、バルミチン酸、ミリスチン酸、オレイン酸等を例示することができる。リン系極圧添加剤としては、ジンクジチオホスファイト、炭素数10~18のジアルキルハイドロジェンホスファイト、トリアルキルホスファイト等を例示することができる。

【0015】酸化防止剤としては、4-ヒドロキシメチル-2,4-ジ-t-ブチルフェノール、ブチル化ヒドロキシアニソール等のフェノール系化合物を例示することができる。防錆添加剤としては、アルケニル無水コハク酸、脂肪酸のアミン塩等を例示することができる。

## 【0016】

【実施例】以下に実施例、比較例を挙げて、本発明を詳しく説明する。

実施例1～6及び比較例1～3

表1に示す組成（数値は重量%である）の冷間圧延油組成物を調製した。

\*【0017】

【表1】

\*

表 1

		実 施 例						比 較 例		
		1	2	3	4	5	6	1	2	3
基 油	鉱油 (粘度 25 cSt at 50°C)	10.0	23.6		30.0					
	バーム油	40.0	10.0	63.7	30.7	31.0	20.0	50.0	50.0	50.0
	トリメチロールプロパントリオレート		50.0		30.0	59.7		45.7	44.2	46.2
	ラウリルオクタエート	36.2		30.0			67.2			
オレイン酸		0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8
トリラウリルホスファイト		1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
酸化防止剤		1.0	1.0							
カチオンA <sup>*1</sup>		0.5		1.0	2.0	3.0	4.0			
カチオンB <sup>*2</sup>			5.0					2.0	1.5	1.5
ノニオン <sup>*3</sup>										
デシルアルコール			8.0							
ラウリルアルコール		5.0			2.0	3.0			2.0	
オレイルアルコール				1.0			6.0			
高分子 化合物	B-246			2.0						
	B-261				3.0	1.0				
	A-60	5.0	0.1				0.5			
合 計		100	100	100	100	100	100	100	100	100

\* 1 : アルファオレフィン／無水マレイン酸共重合体（分子量28000）のジメチルアミノプロピルアミン付加物

\* 2 : アルファオレフィン／無水マレイン酸共重合体（分子量16000）のジェチルアミノヘキシルアミン付加物

\* 3 : ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル (HLB=約10)

【0018】表1に示す各冷間圧延油組成物について、下記の各種特性を下記の方法で測定した。

(圧延試験) 二段圧延試験機を用い、下記の圧延条件にて7バス圧延し、伸び率3.4時点に於ける圧延荷重（トン数）を測定し、下記式による圧延相対比を求めた。

被圧延材料：珪素鋼板（3%Si鋼）、厚さ0.7mm、幅30mm、長さ500mm

圧延ロール：直径150mm、胴長200mmブライトロール

クーラント温度：50～55°C

クーラント濃度：3%

圧延速度：13m/Min.

バススケジュール：7バス

圧延相対比＝各圧延油の圧延荷重（t数）／比較例1の圧延荷重（t数）。

その結果は表2に示す通りであった。

【0019】（乳化安定性試験）窒素95%と水素5%とからなる還元性ガス雰囲気中、400°Cで15分間活性化させた200オングストロームの鉄粉0.8gを、実施例及び比較例の圧延油の3%エマルジョン300mlに添加し、更に0.2gのスカムを添加し、全量が2

00mlになるまで煮沸減量させ、10分間放置した後、下層濃度を酸分解法により測定した。その結果は表2に示す通りであった。

【0020】（浮上油生成試験）図1に示す試験装置を用い、下記条件下で試験した。

30 濃 度 : 3%

温 度 : 45～55°C

液 量 : 5L

循環時間 : 1 hr

加熱筒温度 : 180～200°C

鉄粉添加量 : 4000 ppm

加熱循環後の圧延油エマルジョン濃度を酸分解法により測定した。また、浮上油量を測定した。それらの結果は表2に示す通りであった。

【0021】（表面粗度測定）圧延試験を終了した試片をアセトン及びメタノールで洗浄した後、表面粗さ形状測定器：サーフコム550A型（東京精密社製）を用いて試片表面の平均表面粗さを測定した。その結果は表2に示す通りであった。

【0022】

【表2】

表 2

	実施例						比較例		
	1	2	3	4	5	6	1	2	3
圧延相対比	0.93	0.94	0.91	0.96	0.90	0.92	1.00	1.02	1.00
下層濃度(%)	1.5	2.4	2.0	2.1	2.5	2.5	1.1	1.2	1.0
濃度(%)	2.1	2.9	2.4	2.7	2.7	2.7	1.8	1.8	1.7
浮上油量(mm)	5.0	1.0	5.0	2.0	2.0	2.0	11.0	11.0	10.0
平均粗さ(μ)	0.13	0.16	0.11	0.11	0.14	0.14	0.23	0.21	0.23

【0023】表2に示すデータから明かなように、本発明の冷間圧延油組成物は圧延潤滑性に優れており、乳化安定性に優れています。また、設定濃度3%に対して濃度変化が小さく、しかも浮上油量も少なく、更に本発明の圧延油組成物を用いて圧延した試片表面の粗度は比較例の圧延油組成物を用いて圧延した試片表面に比し、優れている。

(0024)

【発明の効果】本発明の冷間圧延油組成物は、普通鋼、\*

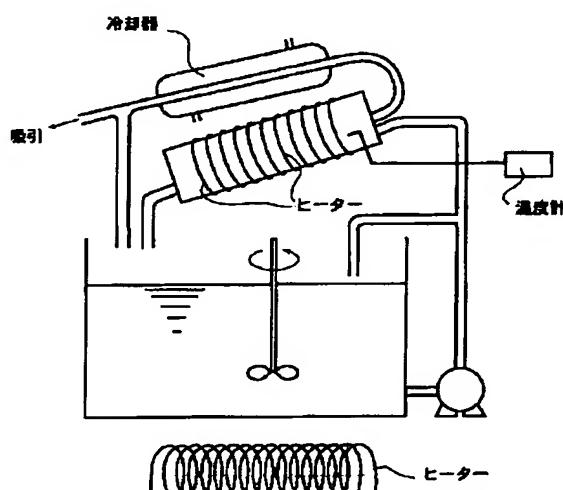
\* ステンレス鋼、珪素鋼、特に、珪素鋼の冷間圧延に際し  
多量発生する鉄粉に対しも優れた乳化安定性、即ち低い  
油原単位を有し、高い圧延潤滑性を有し、且つ、冷間圧  
延後の優れた被圧延材表面粗度をもたらすことができ  
る。

### 【図面の簡単な説明】

【図1】 浮上油生成試験で用いた装置の概略図である。

20 る。

[圖] 1



フロントページの続き

(S1) Int.C1.<sup>o</sup>  
C 1 0 M 129:06)  
C 1 0 N 20:04  
30:00  
30:04  
40:24

(72)発明者 上村 敏朗

岡山県倉敷市水島川崎通1丁目（番地なし） 川崎製鉄株式会社水島製鉄所内

(72)発明者 赤木 功

岡山県倉敷市水島川崎通1丁目（番地なし） 川崎製鉄株式会社水島製鉄所内

(72)発明者 石渡 亮伸

岡山県倉敷市水島川崎通1丁目（番地なし） 川崎製鉄株式会社水島製鉄所内